(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号

特開平11-335228

(43)公開日 平成11年(1999)12月7日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

FΙ

A61K 7/00

A61K 7/00

J

# 審査請求 未請求 請求項の数6 FD (全 10 頁)

(21)出願番号

(22)出願日

特願平10-155363

平成10年(1998) 5月20日

(71)出顧人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 桑田 敏

群馬県確氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料

技術研究所内

(72)発明者 井口 良範

群馬県確氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料

技術研究所内

### (54) 【発明の名称】 皮膚外用剤

### (57)【要約】

【課題】 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合 粉体が配合され、伸展性、使用感に優れた皮膚外用剤を 提供すること。

【解決手段】 水性成分を含有する皮膚外用剤において、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を0.01~50重量%含有することを特徴とする皮膚外用剤である。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水性成分を含有する皮膚外用剤において、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を0.01~50重量%含有することを特徴とする皮膚外用剤。

【請求項2】 更に、油剤を含有することを特徴とする 請求項1記載の皮膚外用剤。

【請求項3】 更に界面活性剤を含有することを特徴とする請求項1又は2記載の皮膚外用剤。

【請求項4】 前記複合粉体が、a)ビニル基含有オルガノボリシロキサンとb)オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の水中油型乳化物に触媒を加えて硬化反応させ、球状シリコーンゴム硬化物微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合硬化反応させた後、乾燥させて得られる球状シリコーンゴム硬化物微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆した複合粉体であることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載の皮膚外用剤。

【請求項5】 前記球状シリコーン硬化物微粒子分散液の球状シリコーン硬化物微粒子の平均粒径が、0.1~100μmであることを特徴とする請求項1~4のいずれかに記載の皮膚外用剤。

【請求項6】 水性成分がグリセリン、ジグリセリンから選ばれる1種又は2種以上を含有することを特徴とする請求項1~5のいずれかに記載の皮膚外用剤。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、水性成分を含有する皮膚外用剤において、しっとり感、さらさら感、さっぱり感等の使用感、のび広がりのよさ等の使用性を向上させた皮膚外用剤に関するものである。

## [0002]

【従来の技術】従来、皮膚外用剤には、しっとり感や保湿性を付与するために水性成分が配合されてきた。ところが、しっとり感や保湿性が付与される反面、べたつきが生じ、さらさら感やのび広がりに劣るものもあった。その使用感、使用性を向上するために、揮発性溶剤を配合したり、シリカやシリコーン樹脂粉末等の粉体を配合したり、種々の方法が検討されてきたが、いまだ充分な使用感及び使用性を得るに至っていない。

### [0003]

【発明が解決しようとする課題】シリコーン樹脂粉末として、ポリオルガノシルセスキオキサン樹脂の微粒子、ゴム弾性を有するシリコーンゴム粉粒状物が知られており、それらを化粧料に配合することは、例えば、特開平1-268615号公報や、特公平7-053646号公報等で既に提案されているが、前者のポリオルガノシルセスキオキサン樹脂の微粒子を配合した化粧料は、ポ

リオルガノシルセスキオキサン微粒子粉体の硬度が高いため、さらっとしてはいるものの、硬い感触の違和感を与えるものであった。一方、後者のゴム弾性を有する微粒子は、前者のような欠点は大幅に解消されているが、流動性が乏しいため取り扱いしづらく、又、凝集性が強いため、各種基材への均一分散が困難で基材との相溶性も悪い等、化粧料に配合するにはかなりの制限があった。そこで、しっとり感、さらさら感、さっぱり感等の使用感、のび広がりのよさ等の使用性を合わせ持つ皮膚外用剤の開発が望まれていた。

## [0004]

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記課題を解決するために鋭意研究を行なった結果、水性成分を含有する皮膚外用剤に、異種のオルガノボリシロキサンからなる複合粉体を用いると、基材との相溶性や分散性に優れるため、この複合粉体を含有する皮膚外用剤は、べたつきが無く、しっとり感、さらさら感、さっぱり感等の使用感が良好で、のび広がりのよさ等の使用性に優れることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、水性成分を含有する皮膚外用剤において、異種のオルガノボリシロキサンからなる複合粉体を含有する皮膚外用剤を提供するものである。

【0005】以下、本発明について詳細に説明する。本発明に使用される水性成分としては、特に制限されるものではなく、通常の化粧料に使用されるものであれば、いずれのものも使用することができる。例えば、精製水、植物抽出液、グリセリン、ジグリセリン、1,3-ブチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール等の水溶性多価アルコール等が挙げられる。

【0006】本発明に使用される複合粉体は、a)ビニ ル基含有オルガノポリシロキサンとb)オルガノハイド ロジェンポリシロキサンとを含む油系の水中油型乳化物 に触媒を加えて硬化反応させ、球状シリコーンゴム硬化 物微粒子分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物 質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシ ランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分 解、縮合硬化反応させた後、乾燥させて得られる球状シ リコーンゴム硬化物微粒子にポリオルガノシルセスキオ キサン硬化物を被覆した複合粉体である。この複合粉体 の製造法については特開平7-196815号公報に従 えばよい。前記球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液 の球状シリコーン硬化物微粒子の平均粒径は、使用感、 使用性において0.1~100μmが好ましい。本発明 の皮膚外用剤中、複合粉体の配合量は、0.01~50 重量%(以下、単に「%」で示す。)であり、好ましく は0.05~20%である。配合量が0.01%より少 ないと、さらさら感等の効果が充分に得られず、50% を超えると使用性において好ましくない。又、この複合 粉体は必要に応じて一種又は二種以上用いることができ る。

【0007】本発明の皮膚外用剤には、その目的に応じ て油剤を用いることができる。使用される油剤として は、通常の化粧料に使用されるものであれば、固体、半 固体、液状の油剤のいずれのものも使用することがで き、例えば、天然動植物油脂類、及び半合成油脂として は、アボガド油、アマニ油、アーモンド油、イボタロ ウ、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カポックロウ、カ ヤ油、カルナウバロウ、肝油、キャンデリラロウ、牛 脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キョウニン油、鯨口 ウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌ カ油、サトウキビロウ、サザンカ油、サフラワー油、シ アバター、シナギリ油、シナモン油、ジョジョバロウ、 セラックロウ、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ 油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、日本 キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パーシック油、パー ム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマシ油 脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ベイベ リーロウ、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミツロウ、 ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、 モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、トリヤシ油脂肪酸 グリセライド、羊脂、落花生油、ラノリン、液状ラノリ ン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリ ン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウ リン酸ヘキシル、POEラノリンアルコールエーテル、 POEラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸 ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアル コールエーテル、卵黄油等;炭化水素油として、オゾケ ライト、スクワラン、スクワレン、セレシン、パラフィ ン、パラフィンワックス、流動パラフィン、プリスタ ン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワック ス、ワセリン等;高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミ リスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、 ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン 酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸(EPA)、 ドコサヘキサエン酸 (DHA)、イソステアリン酸、1 2-ヒドロキシステアリン酸等;高級アルコールとして は、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パル ミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルア ルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコー ル、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノー ル、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコー ル、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、フ ィトステロール、POEコレステロールエーテル、モノ ステアリルグリセリンエーテル (バチルアルコール) 等;エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、ア ジピン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジ-2-ヘプ チルウンデシル、モノイソステアリン酸N-アルキルグ リコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステ アリン酸トリメチロールプロパン、ジー2-エチルヘキ サン酸エチレングリコール、2-エチルヘキサン酸セチ ル、トリー2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパ ン、テトラー2-エチルヘキサン酸ペンタンエリスリト ール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステ ル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシ ル、オレイン酸デシル、ジカプリン酸ネオペンチルグリ コール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチルヘキ シル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリ ン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイ ソプロピル、セバシン酸ジー2-エチルヘキシル、乳酸 セチル、乳酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、 パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘ キシルデシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、 12-ヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジペンタ エリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロ ピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2 - ヘキシルデシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチル オクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリ ン酸ヘキシル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2 -オクチルドデシルエステル、リンゴ酸ジイソステアリ ル等;グリセライド油としては、アセトグリセライド、 トリイソオクタン酸グリセライド、トリイソステアリン 酸グリセライド、トリイソパルミチン酸グリセライド、 トリー2-エチルヘキサン酸グリセライド、モノステア リン酸グリセライド、ジー2-ヘプチルウンデカン酸グ リセライド、トリミリスチン酸グリセライド等;シリコ ーン油としては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェ ニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキ サン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチ ルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサ シロキサン、テトラメチルシクロテトラシロキサン、ス テアロキシリコーン等の高級アルコキシ変性シリコー ン、高級脂肪酸変性シリコーン、シリコーン樹脂、シリ コンゴム、シリコーンレジン等;フッ素系油剤として は、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリ ン、パーフルオロオクタン等が挙げられ、これらの油剤 は必要に応じて一種、又は二種以上用いることができ ーる。

【0008】本発明の皮膚外用剤には、その目的に応じて界面活性剤を用いることができる。使用される界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、特に制限されるものではなく、通常の化粧料に使用されるものであれば、いずれのものも使用することができる。以下に具体的に例示すると、アニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸塩、アルキルスルホン酸、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、アルキルスル

ホン酸塩とそのホルマリン縮合物のスルホン酸塩、アル キル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステ ル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂 肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールア ミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩 類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルア リルエーテルリン酸塩、アミドリン酸塩、N-アシルア ミノ酸系活性剤等;カチオン性界面活性剤としては、ア ルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪 酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、 芳香族四級アンモニウム塩、ピリジウム塩、イミダゾリ ウム塩等: 非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン 脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリ セリン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エ ステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ショ 糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテ ル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキ シエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチ レン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂 肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸 エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステ ル、ポリオキシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エ ステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチ レン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノー ルエーテル、ポリオキシエチレンフィトステロールエー テル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポ リオキシエチレンコレステリルエーテル、ポリオキシア ルキレン変性オルガノポリシロキサン、ポリオキシアル キレン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アル カノールアミド、糖エーテル、糖アミド等; 両性界面活 性剤としては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダ ゾリン誘導体等が挙げられる。

【0009】本発明の化粧料には、本発明の効果を妨げない範囲で通常の化粧料に使用される粉体、アルコール類、水溶性高分子、皮膜形成剤、油溶性ゲル化剤、有機変性粘土鉱物、樹脂、紫外線吸収剤、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、pH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物等を添加することができる。

【0010】それぞれ特に限定されるものではないが、 粉体としては、通常の化粧料に使用されるものであれ ば、その形状(球状、針状、板状、等)や粒子径(煙霧 状、微粒子、顔料級等)、粒子構造(多孔質、無孔質 等)を問わず、例えば体質顔料、白色顔料、有色顔料、 有機粉末、パール剤、有機色素等があげられ、具体的に は、タルク、マイカ、カオリン、炭酸カルシウム、炭酸 マグネシウム、酸化チタン、亜鉛華、ベンガラ、黄酸化 鉄、黒酸化鉄、ナイロン粉末、シルクパウダー、ウレタ ンパウダー、シリコーンゴム パウダー、雲母チタン、タール色素等が挙げられる。また、これらの粉体は本発明の効果を妨げない範囲で、粉体の複合化や一般油剤、シリコーン油、フッ素化合物、界面活性剤等で処理したものも使用することができる。【0011】アルコール類としては、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等、ステロールとして、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等がある。

【0012】水溶性高分子としては、アラビアゴム、ト ラガカント、ガラクタン、キャロブガム、グアーガム、 カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインス シード(マルメロ)、デンプン(コメ、トウモロコシ、 バレイショ、コムギ)、アルゲコロイド、トラントガ ム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キサンタ ンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等 の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミ ン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデン プン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン 系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチ ルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセ ルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプ ロピルセルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸 ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、 結晶セルロース、セルロース末のセルロース系高分子、 アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコー ルエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチル エーテル、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分 子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレン ポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル 酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリル アミド等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カ チオンポリマー、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマ グネシウム、ラポナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等 の無機系水溶性高分子などがある。また、この中には、 ポリビニルアルコールやポリビニルピロリドン等の皮膜 形成剤も含まれる。

【0013】油溶性のゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリステート等の金属セッケン、N-ラウロイルーレーグルタミン酸、α, γージーnーブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2ーエチルへキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン関連体等が挙げられ、また、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモ

ンモリナイトクレー等の有機変性粘土鉱物も含まれる。 【0014】紫外線吸収剤としては、パラアミノ安息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系紫外線吸収剤、パラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、2,4ージヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル等のウロカニン酸系紫外線吸収剤等が挙げられる。

【0015】保湿剤としては、ソルビトール、キシリトール、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩等がある。

【0016】防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸エステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

【0017】酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン等、pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、d1-リンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム、リン酸等、清涼剤としては、L-メントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルレチン酸、トラニキサム酸、アズレン等が挙げられる。

【0018】美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸βーブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、αーボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラパミル、セファランチン、γーオリザノール等の血行促進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ、

チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられ、ビタミン類 としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノー ル、パルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフ ラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオ チド等のビタミンB2類、ピリドキシン塩酸塩、ピリド キシンジオクタノエート等のビタミンB6類、L-アス コルビン酸、L-アスコルビン酸ジパルミチン酸エステ ル、L-アスコルビン酸-2-硫酸ナトリウム、dlα-トコフェロール-L-アスコルビン酸リン酸ジエス テルジカリウム等のビタミンC類、パントテン酸カルシ ウム、Dーパントテニルアルコール、パントテニルエチ ルエーテル、アセチルパントテニルエチルエーテル等の パントテン酸類、エルゴカルシフェロール、コレカルシ フェロール等のビタミンD類、ニコチン酸、ニコチン酸 ベンジル、ニコチン酸アミド等のニコチン酸類、dl- $\alpha$ -トコフェロール、酢酸dl- $\alpha$ -トコフェロール、 ニコチン酸 d 1 - α - トコフェロール、コハク酸 d 1 - $\alpha$ -トコフェロール等のビタミンE類、ビタミンP、ビ オチン等がある。

【0019】アミノ酸類としては、アルギニン、アスパラギン酸、シスチン、システイン、メチオニン、セリン、ロイシン、トリプトファン等、核酸としては、デオキシリボ核酸等、ホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

【0020】本発明において、皮膚外用剤とは、化粧料のみならず、外用医薬品等の、使用時に感触が問題とされる、皮膚に外用されるすべての製品を包含する。例えば、化粧水、乳液、クリーム、パック、マッサージ料、リップクリーム、ハンドクリーム、洗浄剤等のスキンケア料、ファンデーション、メークアップ下地、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、オーバーコート剤、口紅等のメークアップ科等が挙げられる。剤型は液状、乳液状、固形状、ベースト状、ゲル状等種々の形態を選択することができる。

## [0021]

【実施例】以下に、本発明を実施例を挙げて説明するが、本発明は、これらによって何ら限定されるものではない。

【0022】(製造例1)次の化学式(1) 【0023】 【化1】

【0024】で示される25℃における粘度が600c Stのメチルビニルシロキサン500gと、次の化学式 (2) 【0025】 【化2】

【0026】で示される25℃における粘度が30cS tのメチルハイドロジェンポリシロキサン20gを、1 リットルのガラスビーカーに仕込み、ホモミキサーを用いて2,000rpmで撹拌混合した後、ポリオキシエ チレン (付加モル数;9モル)オクチルフェニルエーテ ル1g、水150gを加えて6,000rpmで撹拌、 転相してから更に2,000rpm撹拌下、水329g を加え、0/W型エマルションを得た。

【0027】この〇/W型エマルションを錨型撹拌翼による撹拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で撹拌下、塩化白金酸ーオレフィン錯体のトルエン溶液(白金含有量0.05%)1gと、ポリオキシエチレン(付加モル数:9モル)オクチルフェニルエーテル1gの混合物を添加、12時間硬化反応を行ない、球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液を得た。この分散液中の球状シリコーンゴム硬化物微粒子の平均粒径をコールターカウンター(コールターエレクトロニクス社製)を用いて測定したところ、15μmであった。

【0028】次に、この球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液580g、水2、290g、及びアンモニア水(濃度28重量%)60gを3リットルのガラスフラスコに仕込み、10℃、200rpmの条件で錨型撹拌翼により撹拌を行ない、メチルトリメトキシシラン65gを20分かけて滴下した。液温5~15℃で4時間撹拌、更に55~60℃で1時間撹拌して得られた液を加圧沪過器を用いて水約30%のケーキ状物とし、更に熱風循環乾燥機中で105℃で乾燥した後、ジェットミルで解砕して複合粉体が得られた。

【0029】この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、15μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状シリコーンゴム硬化物微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン硬化物

が10重量部被覆されたものであった。

【0030】(製造例2)前記した製造例1のメチルト リメトキシシラン65gをメチルトリメトキシシラン5 5gとァーグリシドキシプロピルトリメトキシシラン1 0gの混合物としたほかは、製造例1と同様にして複合 粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水 に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測 定したところ、15µmであった。又、この複合シリコ ーン粉体は、重量分析により、球状シリコーンゴム硬化 物微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキ オキサン硬化物が11重量部被覆されたものであった。 【0031】(製造例3)前記した製造例1における0 /W型エマルション作成時に使用したポリオキシエチレ ン (付加モル数: 9モル) オクチルフェニルエーテルを 5gとし、製造例1と同様にして球状シリコーンゴム硬 化物微粒子分散液を得たが、この分散液中の球状シリコ ーンゴム硬化物微粒子の平均粒径はコールターカウンタ ーを用いて測定したところ、3µmであった。この球状 シリコーンゴム硬化物微粒子分散液を用いて、製造例1 と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面 活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールタ ーカウンターで測定したところ、3µmであった。又、 この複合粉体は、重量分析により、球状シリコーンゴム 硬化物微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセ スキオキサン硬化物が10重量部被覆されたものであっ

【0032】実施例1及び比較例1~2:化粧水表1に示す組成の化粧水を調製し、その使用感及び使用性について下記の方法より評価を行った。その結果も併せて表1に示す。

[0033]

【表1】

		実施例1	比較例1	比較例2
	成 分 .	%	%	%
1	エタノール	30.0	30.0	30.0
2	グリセリン	5.0	5.0	5.0
3	ポリエチレングリコール1500	4.0	4.0	4.0
4	POE (20E.O.) オレイルエーテル	1.0	1.0	1.0
5	POE硬化ヒマシ油 (30E.O.)	0.5	0.5	0.5
6	被合粉体(製造例1)	5.0	_	-
7	ポリメチルシルセスキオキサン粉末(* 1)	-	5.0	_
8	シリコーンゴム硬化物粉体(*2)	-	_	5.0
9	香料	遺 童	避量	道量
10	防腐剤	遺 量	避量	道量
11	精製水	残 量	残 量	残量
	評価項目			
	塗布時のさらさら感	0	0	0
	肌へののび広がり	0	0	Δ
	後肌のべたつきのなさ	0	Δ	Δ
	なめらかさ	0	×	0
	さっぱり感	0	Δ	×
	総合評価	0	×	×

【0034】\*1:ポリメチルシルセスキオキサン粉末;トスパール3120(球状、平均粒径12μm、東芝シリコーン社製)

\*2:シリコーンゴム硬化物粉体;トレフィル E50 1(球状、平均粒径10μm、東レ・ダウコーニング社 製)

### 【0035】(製造方法)

A:成分11に成分2~3及び10を加え、室温下で溶解する。

B:成分1に成分4~5及び9を加え、室温下で溶解した後、成分6~8を加え湿潤分散させる。

C: BにAを加えて可溶化し、化粧水を得る。

【0036】(評価方法)女性50名の専門パネルにより使用テストを行ない、塗布時のさらさら感、のび広がり、後肌のべたつきのなさ、なめらかさ、さっぱり感について以下の基準で評価を行ない、その平均点で判定した。

## 【0037】[評価基準]

5点: 非常に良好

4点:良好 3点:普通 2点: やや不良

1点:不良

[判定]

◎: 平均点4.5以上

〇:平均点3.5以上4.5未満

△:平均点2.5以上3.5未満

×:平均点2.5未満

【0038】表1の結果より明らかなように、本発明の複合粉体を含有する実施例1の化粧水は、比較例1に比べ肌へののび広がりが良く、非常になめらかで、後肌のべたつきのなさ、さっぱり感に優れているものであった。又、比較例2に比べて、さらさらしてべたつきがなく、なめらかでさっぱりした、使用感の非常に良いものであった。

【0039】実施例2及び比較例3~4:乳液次の表2に示す組成の乳液を調製し、その使用感、及び使用性について下記の方法により評価を行った。その結果も併せて表2に示す。

[0040]

【表2】

	実施例 2	比較例3	比較例 4
成 分	%	%	%
1 セタノール	1.0	1.0	1.0
2 スクワラン	5.0	5.0	5.0
3 オリーブ油	8.0	8.0	8.0
4 ホホバ油	2.0	2.0	2. 0
5 POE硬化ヒマシ油(10E.O.)	1.0	1.0	1.0
6 モノステアリン酸ソルビタン	1.0	1.0	1.0
7 複合粉体(製造例2)	0.5	_	_
8 ポリメチルシルセスキオキサン粉末(* 1)	) –	0.5	
9 シリコーンゴム硬化物粉体(* 2)	-	_	0.5
10 エタノール	3.0	3.0	3.0
11 グリセリン	2.0	2.0	2.0
12 1、3ープチレングリコール	2.0	2.0	2.0
13 防腐剤	遺量	避量	遺 量
14 香料	直直	遺 量	通量
15 精製水	残量	残 量	残 量
評価項目			
塗布時のべたつきのなさ	9	0	0
肌へののび広がり	•	0	0
後肌のさらさら感	0	Δ	Δ
なめらかさ	0	×	0
さっぱり感	0	Δ	×
総合評価	0	×	×
بالطار والمدامل المدامل وياران الأران المرادي وال	4 3205		

【0041】\*1:ポリメチルシルセスキオキサン粉末;トスパール3120(球状、平均粒径12μm、東芝シリコーン社製)

\*2:シリコーンゴム硬化物粉体;トレフィル E50 1 (球状、平均粒径10μm、東レ・ダウコーニング社 製)

## 【0042】(製造方法)

A:成分10~13及び15を加え、加熱溶解する。 B:成分1~9を加熱溶解した後、Aを加えて乳化する。

C: Bを冷却し、成分14を加えて乳液を得る。

【0043】(評価方法)女性50名の専門パネルにより使用テストを行ない、塗布時のべたつきのなさ、のび広がり、後肌のさらさら感、なめらかさ、さっぱり感について実施例1と同様の基準で評価を行ない、その平均点で判定した。

【0044】表2の結果より明らかなように、本発明の 複合粉体を配合した実施例2の乳液は、比較例3に比べ 非常になめらかで、後肌のさらさら感、さっぱり感に優 れているものであった。又、比較例4に比べて、後肌の さらさら感、さっぱり感について非常に良いものであっ た

#### 【0045】実施例3:クリーム

(成分)	(%)
1. ステアリン酸	2. 0
2. セタノール	1.0
3 フレステロール	1.0

4. スクワラン	10.0
5. オリーブ油	10.0
6. ホホバ油	10.0
7. セチルリン酸	0.5
8. モノステアリン酸ソルビタン	2. 0
9. ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	
(40E.O.)	0.5
10. 複合粉体(製造例3)	2. 0
11. グリセリン	10.0
12. L-アルギニン	0.3
13. 防腐剤	適量
14. 香料	適量
15. 精製水	残量

【0046】(製造方法)

A:成分11~13及び15を加熱溶解する。

B:成分1~10を混合し加熱溶解した後、Aを加えて 乳化する。

C: Bを冷却し、成分14を加えてクリームを得る。

【0047】以上のようにして得られた本発明品のクリームは、塗布時のべたつきがなく、のび広がりが良く、後肌のさらさら感、さっぱり感に優れ、非常になめらかなものであることがわかった。

### 【0048】実施例4:保湿クリーム

(成分)	(%)
1. マイクロクリスタリンワックス	9.0
2. 固形パラフィン	2.0
3 2777	3 0

4. ワセリン	5. 0	(成分)	(%)
4. / Cリン 5. 還元ラノリン	8. 0	1. ポリビニルアルコール	20.0
<ul><li>3. 風光ファラン</li><li>6. 流動パラフィン</li></ul>	15.0	2. グリセリン	5.0
7. スクワラン	12.0	3. クニピア	6. 0
7. ヘノフラン 8. ミリスチン酸イソプロピル	4. 0	4. 複合粉体(製造例1)	2. 0
9. ヘキサデシルアジピン酸エステル	8. 0	5. エタノール	20.0
10. ジメチルポリシロキサン	2.0	6.防腐剤	適量
11. 親油型モノオレイン酸グリセリン	3.0	7. 香料	適量
12. 複合粉体(製造例1)	2. 0	8. 精製水	残量
12. 侵合切体 (表垣内17 13. ポリオキシエチレン (20)	2.0	【0055】(製造方法)	/3455
ラウリルエーテル	1. 0	A: 成分1~4及び8を加熱混合する。	
14. グリセリン	2.0	B:成分5~7を混合する。	
14. クリセッン 15. 防腐剤	適量	C:BをAに添加して混合した後、冷却	川. パックを得
	適量	5.	DC 1177 CN
16. 香料	型 残量	る。 【0056】以上のようにして得られた	- 木発田品のパッ
17.精製水 【0049】(製造方法)	72、里	クは、塗布時ののび広がりが良く、乾き	
A:成分1~12を加熱溶解する。		ック後の肌のさらさら感、さっぱり感、	
	& Al-finラブ	常に優れているものであった。	2471710 (10)1
B:成分13~15及び17を混合した行	E. AVEJIIA C	【0057】実施例7:パック	
乳化する。 C:Bを冷却し、成分16を加えて保湿/	フリー /	(成分)	(%)
•	A-75.14	1.ステアリン酸	10.0
る。 【0050】以上のようにして得られた6	3.連クリール	1. ヘ// フィロン 2. パルミチン酸カリウム	25.0
は、塗布時のべたつきがなく、のび広がり		3. エチレングリコール	1.0
のさらさら感、さっぱり感に優れ、非常に		4. グリセリン	10.0
	こなめりかるも	5. カオリン	10.0
のであった。 【0051】実施例5:乳液		3. ガカリン 6. 複合粉体(製造例1)	1.0
(成分)	(%)	7. 防腐剤	適量
(成ガ) 1.マイクロクリスタリンワックス	1. 0	8. 香料	適量
1. マイクログリステリングックス 2. ラノリン	1. 0	9. 精製水	残量
2. ファップ 3. ジメチルポリシロキサン(6cs)		【0058】(製造方法)	/4=
4. ジメチルポリシロキサン	40.0	A:成分1~4及び7、9を加熱混合す	<b>する</b> .
4. システルホリンロネリン (>100万cs)	2. 0	B:成分5~6を混合する。	,
5. 複合粉体(製造例2)	2. 0	C:BをAに添加して混合した後、冷却	11. 成分8を加
6. ソルビタンセスキオレイン酸エステル		えてパックを得る。	, , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,
7. ポリオキシエチレン(20)	4.0	【0059】以上のようにして得られた	こパックは、途布
ソルビタンモノオレイン酸エステル	1. 0	時ののび広がりが良く、洗い流した後間	
8.1,3-ブチレングリコール	5.0	さっぱり感、なめらかさに非常に優れて	
9. 防腐剤	適量	た。	
10. 香料	適量	【0060】実施例8:マッサージ料	
11. 精製水	残量	(成分)	(%)
【0052】(製造方法)	/ 4.4	1. タルク	25.0
A:成分1~7を加熱混合する。		2.複合粉体(製造例3)	5.0
B:成分1 / と加が促出する。 B:成分8~9及び11を混合した後、A	Δ をfin i で到ル	3. ポリオキシエチレン	
する。	7410	ポリオキシプロピレングリコール	15.0
, v 。 C:Bを冷却し、成分10を加えて乳液?	を得る。	4.1、3ープチレングリコール	20.0
【0053】以上のようにして得られた2		5. グリセリン	20.0
は、塗布時のべたつきがなく、のび広がり		6. 防腐剤	適量
のさらさら感、さっぱり感に優れ、非常に		7. 香料	適量
のであった。	こるいうかるり	8. 精製水	残量
-/ (α) //Co		O • 1000/14	/24.30.

【0054】実施例6:パック

【0061】(製造方法)

A:成分1~8を均一混合してマッサージ料を得る。 【0062】以上のようにして得られたマッサージ料は、使用時、適度な抵抗感を有しながら、べたつきがなく、のび広がりが良く、マッサージ後の洗い流しも簡単で膜感を感じることなく、後肌もさらさら感、さっぱり感に優れ、非常になめらかなものであった。

## 【0063】実施例9:下地用乳液

(%)
1. 0
0.5
0.5
10.0
5.0
3.0
10.0
3.0
0.15
0.15
適量
残量
3.0
2. 0
1. 0
適量

【0064】(製造方法)

A:成分1~6を加熱溶解する。

B: 成分7~12を加熱溶解した後、Aを加えて乳化する。

C: Bに成分13~15を混合したもの、及び、成分16を加えて下地用乳液を得る。

【0065】以上のようにして得られた下地用乳液は、 塗布時のべたつきがなく、のび広がりが良く、後肌のさ らさら感、さっぱり感に優れ、非常になめらかなもので あった。

#### 【0066】実施例10:皮膚洗浄剤

(成分)	(%)	
1. ミリスチン酸	15.0	
2. パルミチン酸	5.0	
3. ステアリン酸	3.0	
4. ミツロウ	3.0	
5. ポリエチレンフリコール6000	2.0	
6. ジステアリン酸エチレングリコール	2.0	
7. ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド	3.0	
8. グリセリン	15.0	
9. 防腐剤	適量	
10. 水酸化カリウム	5.5	
11. 精製水	残量	
12. Nーラウロイルサルコシンナトリウム	10.0	
13. 複合粉体(製造例2)	2. 0	
【0067】(製造方法)		
A:成分1~9を加熱溶解する。		

B:成分10~11を加熱溶解する。

C: AにBを加え均一溶解し、更に成分12及び13を加えて均一にする。 攪拌しながら冷却し皮膚洗浄剤を得る。

【0068】以上のようにして得られた皮膚洗浄剤は、 使用時ののび広がりが良く、マッサージ効果が得られ、 洗い流した後のさらさら感、さっぱり感に優れ、つっぱ り感のないものであった。

#### [0069]

【発明の効果】本発明の皮膚外用剤は、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と水性成分とを含有することにより、塗布時のべたつきや重さがなくさらさらして、のび広がりも軽く、後肌も、さらっとしたなめらかなさっぱりした感触を有する使用感、使用性に優れたものである。

Moisturizer composition external use to skin - contains specified weight percentage of composite powder including different kinds of organo poly siloxane mixed in aqueous solution

Patent Assignee: SHINETSU CHEM IND CO LTD

Patent Family							
Patent Number	Kind	Date	Application	Number Kind	Date	Week	Туре
JP 11335228	A	19991207	JP 98155363	A	19980520	200008	В

Priority Applications (Number Kind Date): JP 98155363 A ( 19980520)

		***************************************				**************************************	
Patent Details							
Patent	Kind	Language	Page	Main	IPC	Filing	Notes
JP 11335228	Α		2	A61K-0	07/00		

## Abstract:

JP 11335228 A

NOVELTY - A moisturizer composition comprising 0.01-50 wt% of composite powder with different kinds of organo poly siloxane mixed in aqueous solution, is new.

USE - The composition is applied to skin to give moist and smooth feeling.

 ${\tt ADVANTAGE - The \ moisturizer \ is \ not \ sticky, \ thus \ application \ is \ eased \ and \ moist \ and \ smooth \ feel \ of \ skin \ after \ application \ is \ improved.}$ 

Dwg.0/0

Derwent World Patents Index © 2004 Derwent Information Ltd. All rights reserved. Dialog® File Number 351 Accession Number 12920737